

Request Form for Translation

Translation Branch
The world of foreign prior art to you.

U. S. Serial No. : 09/591,239

PTO 2001-3284

Requester's Name: Callie Shosho

S.T.I.C. Translations Branch

Phone No. : 303-0200

Fax No. : _____

Office Location: CP3 - 3035

Art Unit/Org. : 1714

Group Director: _____

Is this for Board of Patent Appeals? W

Date of Request: 6/22/01

Date Needed By: 7/22/01

(Please do not write ASAP-indicate a specific date)

Equivalent
Searching

Foreign Patents

Phone: 308-0881
Fax: 308-0989
Location: Crystal Plaza 3/4
Room 2C01

SPE Signature Required for RUSH: _____

Document Identification (Select One):

*(Note: Please attach a complete, legible copy of the document to be translated to this form)**

1. ☒ Patent

Document No. 6-198610

Language Japanese

Country Code JP

Publication Date 7/19/94

_____ (filled by STIC)

2. ☐ Article

Author _____

Language _____

Country _____

3. ☐ Other

Type of Document _____

Country _____

Language _____

Document Delivery (Select Preference):

☒ Delivery to nearest EIC/Office Date: 7-9-01 (STIC Only)

☐ Call for Pick-up Date: _____ (STIC Only)

☐ Fax Back Date: _____ (STIC Only)

To assist us in providing the most cost effective service, please answer these questions:

Will you accept an English Language Equivalent?

Y (Yes/No)

Will you accept an English abstract?

N (Yes/No)

Would you like a consultation with a translator to review the document prior to having a complete written translation?

N (Yes/No)

STIC USE ONLY

Copv/Search

Processor: KPM/MLN

Date assigned: 6/22/01 6/26

Date filled: 6/20/01 6/21

Equivalent found: _____ (Yes/No) (X)

Doc. No.: _____

Country: _____

Remarks: _____

Translation

Date logged in: 6/25

PTO estimated words: _____

Number of pages: 15

In-House Translation Available: _____

In-House: _____

Translator: _____

Assigned: _____

Returned: _____

Contractor: _____

Name: AW

Priority: 6-28-01

Sent: 7-5-01

Returned: _____

DERWENT-ACC-NO: 1994-268993
 DERWENT-WEEK: 199433
 COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Prepn of wood fibre board - by acetylating wood fibre, accumulating fibre and pressing integrally

PATENT-ASSIGNEE: YAMAHA CORP[NHIG]

PRIORITY-DATA: 1993JP-0002131 (January 8, 1993)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES
MAIN-IPC			
JP 06198610 A	July 19, 1994	N/A	004
003/04			B27N

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP06198610A	N/A	1993JP-0002131	January 8, 1993

INT-CL_(IPC): B27K005/00; B27N001/00 ; B27N003/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP06198610A

BASIC-ABSTRACT: Board is prepd. by acetylating wood fibre formed by opening wood fibre in a liquid phase, accumulating the wood fibre and pressing it integrally.

The wood fibre is prepd. by chipping wood and boiling the chip to open fibre and has a dia.: 0.1-0.7 mm for promoting the penetration of acetylating agent and facilitating the washing of fibre and promoting the acetylating surface area and a length: 5-50 mm for promoting the filtering workability. The wood fibre is dried to a moisture content: up to 5% for promoting the acetylation .

It is then acetylated in liquid phase by contacting it with an acetylating agent (e.g., acetic acid, acetic anhydride or chloroacetic acid) in a solvent (e.g. ligroin, methylene chloride, in a vol. ratio/acetylating agent: 0.5-2.0.

The acetylation is carried out at 120-150 deg.C for several min. to several hr.

to a wt. increase: 10-30%. The acetylated wood fibre is coated with a synthetic resin binder (e.g., phenol resin, melamine resin, urea resin, epoxy

resin, a hardener, hardening catalyst, hardening accelerator, diluent, thickener, tackifier, dispersing agent or water repellent) to a wt. increase: 5-20 wt.%. The acetylated wood fibre is accumulated and with additives (e.g.,

a flame-retarding agent, dye, insecticidal agent, preservative, antifungal agent, water repellent, acoustic absorber, foamed bead, filler and reinforcement) .

USE/ADVANTAGE - The board has high waterproof activity, moisture-proof activity, dimensional stability, weathering resistance, antifungal activity and

insecticidal activity. It is used for forming partitions, doors, shelves, furniture, musical instruments, electrical appliances, acoustic instrument, toys, etc.

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-198610

(43)公開日 平成6年(1994)7月19日

(51)IntCl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
B 2 7 N 3/04	B	9123-2B		
B 2 7 K 5/00	B	9123-2B		
B 2 7 N 1/00		9123-2B		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平5-2131

(22)出願日 平成5年(1993)1月8日

(71)出願人 000004075

ヤマハ株式会社

静岡県浜松市中沢町10番1号

(72)発明者 平野 善啓

静岡県浜松市中沢町10番1号 ヤマハ株式
会社内

(74)代理人 弁理士 志賀 正武 (外2名)

PTO 2001-3284

S.T.I.C. Translations Branch

(54)【発明の名称】 木質繊維材の製法

(57)【要約】

【目的】 耐水性と耐湿性が高く、寸法安定性と耐候性に優れ、かつ防かび性と防虫性を有する木質繊維材を得る。

【構成】 木質繊維材を製造するに際して、木材を解繊して得られる木質繊維を液相中でアセチル化し、このアセチル化木質繊維を集積し、一体化成形する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 木材を解繊して得られる木質繊維を液相中でアセチル化し、このアセチル化木質繊維を集積し、一体化成形することを特徴とする木質繊維材の製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は家屋の内壁、間仕切り、戸、棚、家具・調度、楽器、電気・音響機器、玩具などの構成材として使用される耐水性、耐湿性、防かび性、及び防虫性に優れた木質繊維材の製法に関する。

【0002】

【従来の技術】木材チップを解繊して得られる長さ数mm〜数10mmの木質繊維を、ビニル系合成樹脂バインダなどで接着し、一体化成形して得られる木質繊維材は知られている。このような木質繊維材は方向性が少なく、均質で、加工が容易であり、形状が平面に限らず曲面、柱状など自由に成形でき、かつ大量生産ができるなどの特長を有している。また一方で、これら木質繊維材は本質的に多孔質であり、親水性表面積が大きいので、吸水性及び吸湿性が他の木質成形材に比べて著しく高い。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】このような従来の木質繊維材における高い吸水性及び吸湿性は、使用上大きな障害となる場合がある。即ち、このような木質繊維材は、吸水及び吸湿によって膨張、湾曲、軟化、剥離など変形や崩壊を起こし易く、寸法安定性と耐候性に乏しいものであった。また、かびが生え易く、食木虫の被害も受け易かった。

【0004】従って本発明の目的は、上記の課題を解決して、耐水性と耐湿性が高く、寸法安定性と耐候性に優れ、かつ防かび性と防虫性を有する木質繊維材の製法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】このような課題は、木材を解繊して得られる木質繊維を液相中でアセチル化し、このアセチル化木質繊維を集積し、一体化成形することからなる木質繊維材の製法を提供することによって解決できる。上記の液相中でのアセチル化は、無水酢酸単独からなるアセチル化剤によって行うことができる。または、上記の液相中でのアセチル化は、無水酢酸と有機媒体との混合物からなるアセチル化剤によって行うことができる。この場合の有機媒体は、キシレンであることが好ましい。上記の木質繊維材の製法において、アセチル化木質繊維の集積が、未硬化の熱硬化性樹脂バインダ組成物の存在下に行われることが好ましい。

【0006】以下、本発明を詳しく説明する。本発明の製法で用いられる木質繊維としては、木材をチップ化し、得られたチップを蒸煮などによって解繊したものが用いられる。使用する木質繊維としては、繊維径が0.

1〜0.7mm程度の細いものが好ましい。細い木質繊維は、アセチル化に際して薬剤の浸透性を高め、処理後の洗浄を容易にし、かつ得られた木質繊維材中のアセチル化表面積を高める。また、繊維長が2〜50mm程度の長く、かつ柔軟な木質繊維を使用することが好ましい。これは、アセチル化、洗浄工程において木質繊維の流失を防ぎ、汜過などの作業性を良好にし、かつ得られた木質繊維材の靱性及び成形・加工性を高める。このように細く、長くかつ柔軟な木質繊維は、例えばエゾマツなどの木材から得ることができる。

【0007】木材を解繊して得られる木質繊維をアセチル化するに際しては、これに先だって、木質繊維を含水率が5%以下、好ましくは1%以下になるまで十分に乾燥することが好ましい。これは、木質繊維を実質的に絶乾状態にもたらすことによって、アセチル化反応が円滑に進むからである。

【0008】本発明では木質繊維のアセチル化を液相で行う。木質繊維の液相アセチル化は、木質繊維を液相中でアセチル化剤と接触させ、所定の温度で所定時間反応させることによって行う。アセチル化剤としては酢酸、無水酢酸、クロル酢酸などが使用可能であるが、特に無水酢酸を使用することが好ましい。これ以外のアセチル化剤は高価であったり、反応が緩慢であったり、廃液処理が煩雑であったりするからである。

【0009】また、無水酢酸による木質繊維のアセチル化に際しては、これと反応しない不活性な有機媒体を存在させることがさらに好ましい。有機媒体を使用すると、発熱反応であるアセチル化反応を温和な状態で進めることができ、反応の調整が容易となり、木質繊維の過度のアセチル化や熱劣化を防ぐことができる。このような有機媒体の例としては、リグロイン、塩化メチレン、テトラクロルエチレン、ベンゼン、トルエン、キシレン、クロルベンゼン、o-ジクロルベンゼンなどを挙げることができる。有機媒体の無水酢酸に対する比率は容量比0〜10倍の範囲で調節し得るが、0.5〜2.0倍の範囲とすることが好ましい。0.5倍以下では有機媒体を存在させる効果がほとんど現れず、2.0倍以上ではアセチル化反応が緩慢になりすぎて生産効率が低下するからである。

【0010】特に好ましい有機媒体はキシレンである。キシレンは、沸点がアセチル化反応に好適であり、生成したアセチル化木質繊維に対して非溶媒であり、安価かつ毒性が比較的低いからである。

【0011】木質繊維の液相中でのアセチル化に当たっては、木質繊維の種類、求めるアセチル化度、反応液の性質などによって、適度の温度と反応時間が選択される。これらは実験によって決定することができる。一般には120〜150℃の温度で数分間〜数時間アセチル化反応を行う。木質繊維のアセチル化度は耐湿性、吸水率などの要求に応じて適宜調節することができるが、木

質感を残して耐水性、耐湿性を高めるには、重量増加率で10~30%とすることが好ましい。アセチル化の反応容器としては、通常の液相アセチル化反応容器が使用できる。無水酢酸や有機媒体の蒸散を防ぐために還流装置を付設することが好ましい。

【0012】アセチル化された木質繊維は、プレス汙過などによって液相から分離し、水または温水で十分に洗浄して、残留する無水酢酸やキシレン、また副生した酢酸などを除去する。この後、熱風乾燥などによって含水率が約3~7%になるまで乾燥する。

【0013】次に、得られたアセチル化木質繊維に合成樹脂バインダを塗布し、所望の形態に集積し、一体化成形する。これらの工程は、通常、木質繊維材の製造に使用されている設備と操作法を用いて、回分式でも連続式でも行うことができる。一般的にはブレンダなどの混合装置中でアセチル化木質繊維の表面に合成樹脂バインダを塗布し、回分式または連続式のホットプレス上に集積し、この集積物に熱と圧力を加えて一体化成形する。

【0014】本発明の製法は、集積し一体化成形する際の型を選択することによって、平板状の木質繊維材ばかりでなく、曲面状のもの、柱状のもの、または表面にエンボス加工、または彫刻調の凹凸模様が施されているものも製造することができる。このような凹凸模様は例えば、集積物を熱圧成形する型の面に陰刻を施すことによって賦与することができる。

【0015】特に本発明の製法では、アセチル化木質繊維の集積が、未硬化の熱硬化性樹脂バインダ組成物の存在下に行われることが好ましい。これによって、さらに強靱で、耐水性、耐湿性が高く、寸法安定性と耐候性に優れた木質繊維材が得られる。

【0016】上記の未硬化熱硬化性樹脂バインダ組成物に含まれる熱硬化性樹脂の例としては、フェノール樹脂、メラミン樹脂、ユリア樹脂、エポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリウレタン樹脂、及びこれらの混合物または変性物を挙げることができる。特に、成形された木質繊維材に靱性が求められる場合は未硬化のポリウレタン樹脂を含む熱硬化性樹脂バインダ組成物を使用することが好ましい。熱硬化性樹脂バインダ組成物は上記の樹脂成分の他に、硬化剤、硬化触媒、硬化促進剤、希釈剤、増粘剤、粘着剤、分散剤、撈水剤、などを含んでいてもよい。

【0017】熱硬化性樹脂バインダ組成物は、その硬化成分がアセチル化木質繊維の重量の5~20%になるように配合することができる。5%以下では繊維の接着に不十分であり、20%以上では樹脂が過剰となって不経済であるばかりでなく、成形物表面の木質感が減少する。

【0018】この熱硬化性樹脂バインダ組成物は、水を媒体とする乳液または分散液、有機溶剤を媒体とする溶液、または粉体のいずれの形態のものも使用できるが、

作業効率と経済の観点からは、粉体のものが好ましい。この観点からは例えば、未硬化の粉体フェノールノボラック樹脂組成物（ヘキサメチレンテトラミンのような硬化触媒を含む）は好ましい熱硬化性樹脂バインダ組成物である。

【0019】以上説明した本発明の木質繊維材の製法においては、木質繊維をアセチル化するに先だって、木質繊維の微細表面がアセチル化剤を受容し、アセチル化反応が促進されるような前処理を施すことがさらに好ましい。この前処理は、例えば、木質繊維を酢酸塩の水溶液に浸漬し、汙過するなどの方法である。例えば、木質繊維を2~5%の酢酸カリウムまたは酢酸ナトリウムの水溶液に10分またはそれ以上浸漬した後、遠心分離機などによって余分な薬液を除去する。また別の方法としては上記の水溶液を木質繊維に減圧または加圧によって注入し、余分な薬液を洗浄除去する。しかし、このような前処理は好ましくはあるが必須ではない。

【0020】本発明の製法においては、アセチル化木質繊維を集積する際、この集積物に難燃剤、色素、防虫剤、防腐剤、防かび剤、撈水剤、吸音材、発泡ビーズ、充填材、補強材などの添加物を配合することができる。これらの添加物の配合によって、得られた木質繊維材にそれぞれ期待される特性を賦与することができる。

【0021】以上に説明したような本発明の製法によって製造される木質繊維材は、元来親水性である繊維素の微細表面がアセチル化されているので、吸水性及び吸湿性が著しく減少している。また、合成樹脂バインダとして熱硬化性樹脂が用いられているので、この木質繊維材を水に浸漬したり高温度の雰囲気中に長期間置いたとしても、吸水や吸湿によって膨張、湾曲、軟化、剥離などの変形や崩壊を起こすことはなく、寸法安定性及び耐候性が高い。また、木質繊維の微細表面がアセチル化されているから、菌、かび、木食性の虫類に対しても抵抗性が高い。さらに、木質繊維の芯部までアセチル化されていないので、適度の吸湿性が保持され、呼吸性と木質感が維持されている。

【0022】

【実施例】次に本発明の実施例を示す。

（実施例1）エゾマツのチップを蒸煮し解繊して得られた木質繊維を5%酢酸ナトリウム水溶液に2時間浸漬して前処理を行った後、遠心分離して脱液し、さらに熱風乾燥機中で含水率が1%になるまで乾燥した。得られた乾燥物をセパラブルフラスコに入れ、その全量が浸漬する量の無水酢酸をアセチル化剤として注入し、130℃に4時間保持した。処理後、フラスコ内容物をプレス汙過して液相を除き、得られた繊維分は酢酸臭がなくなるまで温水洗浄した。この洗浄操作の後、含水率が約5%になるまで熱風乾燥した。ここに得られたアセチル化木質繊維をブレンダに入れ、その重量の15%の未硬化ポリウレタン樹脂と均一に混和し、ホットプレス上に集積

5

して加熱加圧して一体化成形し、実施例1の木質繊維材ボードを得た。このものの厚さは10mm、密度は0.7であった。

【0023】(実施例2) 前処理の操作を省いた以外は実施例1と同様の操作を繰り返し、実施例2の木質繊維材ボードを得た。

【0024】(実施例3) アセチル化剤として無水酢酸とキシレンの1:1(容量)混合物を使用した以外は実施例1と同様の操作を繰り返し、実施例3の木質繊維材ボードを得た。実施例1~3によって得られた木質繊維材は、いずれも酢酸臭を認めなかった。

【0025】(比較例) 前処理とアセチル化の処理を行*

6

* わない木質繊維を用いて、実施例1と同様の集積・一体化成形操作を行い比較例の木質繊維材ボードを得た。

【0026】(試験例) これらの木質繊維材ボードについて、吸水試験と吸湿試験を行った。吸水試験は、試料を25℃の水に24時間浸漬した後の厚さ膨張率(%)を測定して行った。吸湿試験は、試料を35℃、95%RHの環境試験機に48時間静置した後の厚さ膨張率(%)を測定して行った。これら試験の結果を表1に示す。

【0027】

【表1】

表1

試料	アセチル化度(%)	吸水厚さ膨張率(%)	吸湿厚さ膨張率(%)
実施例1	24	1.13	0.59
実施例2	24	1.15	0.62
実施例3	20	1.33	0.72
比較例	—	9.66	5.91

【0028】以上の結果から、本発明の方法によって製造された木質繊維材が優れた耐水性及び耐湿性を有していることは明かである。

【0029】

【発明の効果】本発明の木質繊維材の製法は、木材を解※

※ 織して得られる木質繊維を液相中でアセチル化し、このアセチル化木質繊維を集積し、一体化成形して木質繊維材とするものである。耐水性と耐湿性が高く、寸法安定性と耐候性に優れ、かつ防かび性と防虫性を有する木質繊維材が得られるという効果がある。

DERWENT TERMS AND CONDITIONS

Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)

["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)

(C) DERWENT

【識別番号】
000004075

[ID CODE]
000004075

【氏名又は名称】
ヤマハ株式会社

Yamaha Corp.

【住所又は居所】
静岡県浜松市中沢町10番1号

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 平野 善啓

Yoshihiro Hirano

【住所又は居所】
静岡県浜松市中沢町10番1号
ヤマハ株式会社内

[ADDRESS]

(74)【代理人】

(74)[PATENT AGENT]

【弁理士】

[PATENT ATTORNEY]

【氏名又は名称】
志賀 正武 (外2名)

Masatake Shiga (et al.)

(57)【要約】

(57)[SUMMARY]

【目的】
耐水性と耐湿性が高く、寸法安定性と耐候性に優れ、かつ防かび性と防虫性を有する木質繊維材を得る。

【OBJECT】
The wooden fibre material which water resistance and moisture resistance are high, and is excellent in dimensional stability and a weather resistance, and has a fungicidal property and insect repellent property is obtained.

【構成】
木質繊維材を製造するに際して、木材を解繊して得られる木質繊維を液相中でアセチル化し、このアセチル化木質繊維を

【SUMMARY OF THE INVENTION】
In manufacturing a wooden fibre material, It carries out that it is acetylated of wooden fibre which disentangles a timber and is obtained, in a liquid phase, and this acetylated wood fibre is integrated. The integration shaping is carried

集積し、一体化成形する。

out.

【特許請求の範囲】

[CLAIMS]

【請求項 1】

木材を解繊して得られる木質繊維を液相中でアセチル化し、このアセチル化木質繊維を集積し、一体化成形することを特徴とする木質繊維材の製法。

[CLAIM 1]

It carries out that it is acetylated of wooden fibre which disentangles a timber and is obtained, in a liquid phase, and this acetylated wood fibre is integrated. The integration shaping is carried out.

The manufacturing method of the wooden fibre material characterized by the above-mentioned.

【発明の詳細な説明】

[DETAILED DESCRIPTION OF INVENTION]

【0001】

[0001]

【産業上の利用分野】

本発明は家屋の内壁、間仕切り、戸、棚、家具・調度、楽器、電気・音響機器、玩具などの構成材として使用される耐水性、耐湿性、防かび性、及び防虫性に優れた木質繊維材の製法に関する。

[INDUSTRIAL APPLICATION]

This invention, It is related with the manufacturing method of the wooden fibre material excellent in water resistance, moisture resistance, a fungicidal property, and insect repellent property used as component materials, such as the inner wall of a building, a partition, a door, a shelf, a furniture * adjustment, a musical instrument, electric * audio equipment, and a toy.

【0002】

[0002]

【従来技術】

木材チップを解繊して得られる長さ数mm～数10mmの木質繊維を、ビニル系合成樹脂バインダなどで接着し、一体化成形して得られる木質繊維材は知られている。このような木質繊維材は方向性が少なく、均質で、加工が容易であり、形状が平面に限らず曲面、柱状など自由に

[PRIOR ART]

The length which disentangles a timber chip and is obtained adheres wooden fibre which is several mm - several 10 mm, with a vinyl type synthetic resin binder etc.

The wooden fibre material obtained by carrying out the integration shaping is known.

Such a wooden fibre material, An orientation/polarity is few and it is homogeneous and processing is easy.

A shape does not restrict to a flat surface but

成形でき、かつ大量生産ができるなどの特長を有している。また一方で、これら木質繊維材は本質的に多孔質であり、親水性表面積が大きいので、吸水性及び吸湿性が他の木質成形材に比べて著しく高い。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

このような従来の木質繊維材における高い吸水性及び吸湿性は、使用上大きな障害となる場合がある。即ち、このような木質繊維材は、吸水及び吸湿によって膨張、湾曲、軟化、剥離など変形や崩壊を起こし易く、寸法安定性と耐候性に乏しいものであった。また、かびが生え易く、食木虫の被害も受け易かった。

【0004】

従って本発明の目的は、上記の課題を解決して、耐水性と耐湿性が高く、寸法安定性と耐候性に優れ、かつ防かび性と防虫性を有する木質繊維材の製法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】

このような課題は、木材を解繊して得られる木質繊維を液相中でアセチル化し、このアセチル

can shape to freedom, such as a curved surface and pillared.

And it has the features, that mass production is made.

Moreover on the other hand, these wooden fibre material is essentially porous.

Since a hydrophilic surface area is large, water absorptivity and a hygroscopic property are remarkably high compared with the other wooden shaping material.

[0003]

[PROBLEM ADDRESSED]

Such the conventional high water absorptivity and the conventional high hygroscopic property in a wooden fibre material, It may become big damage on use.

That is, such a wooden fibre material tends to cause deformations, such as expansion, a curve, softening, and peeling, and disintegrated according to absorption and moisture absorption. It was deficient in dimensional stability and the weather resistance.

Moreover, mold tends to spring up and it was easy to receive the damage of woodworm.

[0004]

Therefore the object of this invention solves an above-mentioned subject.

It is in providing the manufacturing method of the wooden fibre material which water resistance and moisture resistance are high, and is excellent in dimensional stability and a weather resistance, and has a fungicidal property and insect repellent property.

[0005]

[SOLUTION OF THE INVENTION]

Such a subject, It carries out that it is acetylated of wooden fibre which disentangles a timber and is obtained, in a liquid phase.

化木質繊維を集積し、一体化成形することからなる木質繊維材の製法を提供することによって解決できる。上記の液相中でのアセチル化は、無水酢酸単独からなるアセチル化剤によって行うことができる。または、上記の液相中でのアセチル化は、無水酢酸と有機媒体との混合物からなるアセチル化剤によって行うことができる。この場合の有機媒体は、キシレンであることが好ましい。上記の木質繊維材の製法において、アセチル化木質繊維の集積が、未硬化の熱硬化性樹脂バインダ組成物の存在下に行われることが好ましい。

【0006】

以下、本発明を詳しく説明する。本発明の製法で用いられる木質繊維としては、木材をチップ化し、得られたチップを蒸煮などによって解繊したものが用いられる。使用する木質繊維としては、繊維径が0.1～0.7 mm程度の細いものが好ましい。細い木質繊維は、アセチル化に際して薬剤の浸透性を高め、処理後の洗浄を容易にし、かつ得られた木質繊維材中のアセチル化表面積を高める。また、繊維長が2～50 mm程度の長く、かつ柔軟な木質繊維を使用することが好ましい。これは、アセチル化、洗浄工程において木質繊維の流失を防ぎ、濾過などの作業性を良好にし、かつ得られた木質繊維材の靱性及び成形・加工性を高める。このように細く、長くかつ柔軟な木質繊維は、例えばエゾマツなどの木材から

The manufacturing method of the wooden fibre material which consists of integrating and carrying out the integration shaping of this acetylated wood fibre is provided. It is solvable with it.

Acetylation in an above-mentioned liquid phase, the acetylating agent which consists of an acetic anhydride independent can perform.

Or, acetylation in an above-mentioned liquid phase, the acetylating agent which consists of the mixture of acetic anhydride and an organic medium can perform.

As for the organic medium in this case, it is preferable that it is a xylene.

In the manufacturing method of an above-mentioned wood fibre material, it is preferable that an integration of acetylated wood fibre is performed to existence of a non-hardened thermosetting resin binder composition.

[0006]

Hereafter, this invention is explained in detail.

As wooden fibre used by the manufacturing method of this invention, a timber is chip-ized and that which disentangled the obtained chip by the steaming etc. is used.

As wooden fibre to use, the thin thing whose fibre diameter is about 0.1-0.7 mm is preferable.

Thin wooden fibre increases the permeability of a chemical agent in case of acetylation, and make the washing after a process easy.

And the acetylated surface area in the obtained wooden fibre material is increased.

Moreover, it is preferable to use wooden fibre long and flexible whose fibre length is about 2-50 mm.

This prevents a spill of wooden fibre in acetylated and the washing process, and carries out operativity, such as filtration, satisfactorily.

And the toughness and the shaping * workability of a wooden fibre material which were obtained are increased.

Thus wooden fibre long, thin and flexible, For example, it can obtain from timbers, such as a Yezo spruce.

得ることができる。

【0007】

木材を解繊して得られる木質繊維をアセチル化するに際しては、これに先だって、木質繊維を含水率が5%以下、好ましくは1%以下になるまで十分に乾燥することが好ましい。これは、木質繊維を実質的に絶乾状態にもたらしことによって、アセチル化反応が円滑に進むからである。

【0008】

本発明では木質繊維のアセチル化を液相で行う。木質繊維の液相アセチル化は、木質繊維を液相中でアセチル化剤と接触させ、所定の温度で所定時間反応させることによって行う。アセチル化剤としては酢酸、無水酢酸、クロル酢酸などが使用可能であるが、特に無水酢酸を使用することが好ましい。これ以外のアセチル化剤は高価であったり、反応が緩慢であったり、廃液処理が煩雑であったりするからである。

【0009】

また、無水酢酸による木質繊維のアセチル化に際しては、これと反応しない不活性な有機媒体を存在させることがさらに好ましい。有機媒体を使用すると、発熱反応であるアセチル化反応を温和な状態で進めることができ、反応の調整が容易となり、木質繊維の過度のアセチル化や熱劣化を防ぐことができる。こ

[0007]

Wooden fibre which disentangles a timber and is obtained is faced carrying out that it is acetylated. It precedes to this, drying sufficiently is preferable until a moisture content becomes wooden fibre 5% or less, preferably 1% or less.

This is because acetylated reaction progresses smoothly by bringing wooden fibre substantially to an absolute dry condition.

[0008]

Acetylation of wooden fibre is performed by the liquid phase in this invention.

The liquid phase acetylation of wooden fibre makes wooden fibre contact with an acetylating agent in a liquid phase.

It performs by carrying out predetermined time reaction at predetermined temperature.

As acetylating agent, acetic acid, acetic anhydride, the chloro-acetic acid, etc. are useable.

However, it is preferable to use in particular acetic anhydride.

Acetylating agents except for this are expensive.

Moreover, reaction is slow.

Moreover, it is because a waste liquid process is complicated.

[0009]

Moreover, the acetylation of wooden fibre by acetic anhydride is faced. It is further preferable to make the inactive organic medium which does not react with this be present.

When using an organic medium, acetylated reaction which is exothermic reaction can be advanced in the mild condition.

Adjusting of reaction becomes easy.

Too much acetylation and thermal deterioration of wooden fibre can be prevented.

As an example of such an organic medium, ligroin, a methylene chloride, the

のような有機媒体の例としては、リグロイン、塩化メチレン、テトラクロルエチレン、ベンゼン、トルエン、キシレン、クロルベンゼン、*o*-ジクロルベンゼンなどを挙げることができる。有機媒体の無水酢酸に対する比率は容量比0~10倍の範囲で調節し得るが、0.5~2.0倍の範囲とすることが好ましい。0.5倍以下では有機媒体を存在させる効果がほとんど現れず、2.0倍以上ではアセチル化反応が緩慢になりすぎて生産効率が低下するからである。

【0010】

特に好ましい有機媒体はキシレンである。キシレンは、沸点がアセチル化反応に好適であり、生成したアセチル化木質繊維に対して非溶媒であり、安価かつ毒性が比較的低いからである。

【0011】

木質繊維の液相中でのアセチル化に当たっては、木質繊維の種類、求めるアセチル化度、反応液の性質などによって、適度の温度と反応時間が選択される。これらは実験によって決定することができる。一般には120~150℃の温度で数分間~数時間アセチル化反応を行う。木質繊維のアセチル化度は耐湿性、吸水率などの要求に応じて適宜調節することができるが、木質感を残して耐水性、耐湿性を高めるには、重量増加率で10~30%とすることが好ましい。アセチル化の反応容器とし

tetrachlorethylene, a benzene, toluene, a xylene, a chlorobenzene, *o*-dichloro benzene, etc. can be mentioned.

The ratio with respect to acetic anhydride of an organic medium can be adjusted in the range of capacitance ratio 0-10 times.

However, it is preferable to make as the range of 0.5-2.0 times.

It is because, in 0.5 times or less, the effect in which make an organic medium is present hardly appears. It is because acetylated reaction becomes slow too much and productive efficiency reduces in 2.0 times or more.

【0010】

An especially preferable organic medium is a xylene.

The boiling point is suitable for the xylene for acetylated reaction.

It is the non-solvent with respect to formed acetylated wood fibre.

It is because cheap and a toxicity are comparatively low.

【0011】

In the acetylation in the inside of the liquid phase of wooden fibre Moderate temperature and the moderate reaction time are selected by the property of the type of wooden fibre, the degree of acetylation for which it requires, and reaction solution etc.

Experiment can determine these.

Generally, several minutes - several hours acetylated reaction is performed at the temperature of 120-150 degree C.

The degree of acetylation of wooden fibre can be suitably adjusted depending on a requirement of moisture resistance, a water absorption, etc.

However, in order to leave wooden admiration and to increase water resistance and moisture resistance, it is preferable to make as 10-30% at the rate of a weight increase.

ては、通常の液相アセチル化反応容器が使用できる。無水酢酸や有機媒体の蒸散を防ぐために還流装置を付設することが好ましい。

【0012】

アセチル化された木質繊維は、プレス濾過などによって液相から分離し、水または温水で十分に洗浄して、残留する無水酢酸やキシレン、また副生した酢酸などを除去する。この後、熱風乾燥などによって含水率が約3～7%になるまで乾燥する。

【0013】

次に、得られたアセチル化木質繊維に合成樹脂バインダを塗布し、所望の形態に集積し、一体化成形する。これらの工程は、通常、木質繊維材の製造に使用されている設備と操作法を用いて、回分式でも連続式でも行うことができる。一般的にはブレンダーなどの混合装置中でアセチル化木質繊維の表面に合成樹脂バインダを塗布し、回分式または連続式のホットプレス上に集積し、この集積物に熱と圧力を加えて一体化成形する。

【0014】

本発明の製法は、集積し一体化成形する際の型を選択することによって、平板状の木質繊維材ばかりでなく、曲面状のもの、柱状のもの、または表面にエンボス加工、または彫刻調の凹凸模様が施されているものも製造

As the reaction container for acetylated, A usual liquid phase acetylated reaction container can be used.

In order to prevent the transpiration of acetic anhydride or an organic medium, it is preferable to attach the reflux apparatus.

[0012]

Wooden fibre by which it was carried out that it is acetylated, Press filtration etc. partitions from a liquid phase.

It washes sufficiently with water or warm water, and acetic anhydride and the xylene which remain, acetic acid which carried out the byproduction are removed.

It dries after this until moisture content becomes about 3-7% by hot-air drying etc.

[0013]

Next, a synthetic resin binder is applied to obtained acetylated wood fibre, and it integrates in a desired form.

The integration shaping is carried out.

An installation and the operation method which are usually used for production of a wooden fibre material are used for these processes.

A batch type or a continuous system can also perform.

Generally, a synthetic resin binder is applied to the surface of acetylated wood fibre in mixing apparatuses, such as a blender, and it integrates on the hot pressing of a batch type or a continuous system.

The integration shaping of heat and the pressure is applied and carried out at this integrated thing.

[0014]

The manufacturing method of this invention, By integrating and selecting the mould at the time of carrying out the integration shaping, not only a flat wooden fibre material but a curved surface-like thing, pillared or the thing by which the concavo-convex pattern of an embossing or an engraving tone is given to the surface can be manufactured.

することができる。このような凹凸模様は例えば、集積物を熱圧成形する型の面に陰刻を施すことによって賦与することができる。

【0015】

特に本発明の製法では、アセチル化木質繊維の集積が、未硬化の熱硬化性樹脂バインダ組成物の存在下に行われることが好ましい。これによって、さらに強靱で、耐水性、耐湿性が高く、寸法安定性と耐候性に優れた木質繊維材が得られる。

【0016】

上記の未硬化熱硬化性樹脂バインダ組成物に含まれる熱硬化性樹脂の例としては、フェノール樹脂、メラミン樹脂、ユリア樹脂、エポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリウレタン樹脂、及びこれらの混合物または変性物を挙げることができる。特に、成形された木質繊維材に靱性が求められる場合は未硬化のポリウレタン樹脂を含む熱硬化性樹脂バインダ組成物を使用することが好ましい。熱硬化性樹脂バインダ組成物は上記の樹脂成分の他に、硬化剤、硬化触媒、硬化促進剤、希釈剤、増粘剤、粘着剤、分散剤、撥水剤、などを含んでいてもよい。

【0017】

熱硬化性樹脂バインダ組成物は、その硬化成分がアセチル化木質繊維の重量の5～20%になるように配合することができる。5%以下では繊維の接着に

Such a concavo-convex pattern can be endowed by for example, mincing shade to the surface of the mould which carries out the hot pressure shaping of integrated thing.

【0015】

In particular, at the manufacturing method of this invention, It is preferable that an integration of acetylated wood fibre is performed to existence of a non-hardened thermosetting resin binder composition.

It is further tough, water resistance and moisture resistance are high, and the wooden fibre material excellent in dimensional stability and the weather resistance is obtained by this.

【0016】

As the example of the thermosetting resin contained in an above-mentioned non-hardened thermosetting resin binder composition, A phenol resin, a melamine resin, a urea resin, an epoxy resin, a polyamide resin, polyurethane resins and these mixtures, or a denatured substance can be mentioned.

In particular when the shaped wooden fibre material is required for toughness, it is preferable to use the thermosetting resin binder composition containing a non-hardened polyurethane resin.

Thermosetting resin binder composition, besides the above-mentioned resin component, a curing agent, a curing catalyst, a hardening accelerator, a diluent, the thickener, the adhesive, the dispersing agent, the water repellent, etc. may be included.

【0017】

A thermosetting resin binder composition can be blended so that the hardening component may become 5-20% of the weight of acetylated wood fibre.

The 5% or less is inadequate for adhesion of fibre.

不十分であり、20%以上では樹脂が過剰となって不経済であるばかりでなく、成形物表面の木質感が減少する。

【0018】

この熱硬化性樹脂バインダ組成物は、水を媒体とする乳液または分散液、有機溶剤を媒体とする溶液、または粉体のいずれの形態のものも使用できるが、作業効率と経済の観点からは、粉体のものが好ましい。この観点からは例えば、未硬化の粉体フェノールノボラック樹脂組成物（ヘキサメチレンテトラミンのような硬化触媒を含む）は好ましい熱硬化性樹脂バインダ組成物である。

【0019】

以上説明した本発明の木質繊維材の製法においては、木質繊維をアセチル化するに先だって、木質繊維の微細表面がアセチル化剤を受容し、アセチル化反応が促進されるような前処理を施すことがさらに好ましい。この前処理は、例えば、木質繊維を酢酸塩の水溶液に浸漬し、濾過するなどの方法である。例えば、木質繊維を2～5%の酢酸カリウムまたは酢酸ナトリウムの水溶液に10分またはそれ以上浸漬した後、遠心分離機などによって余分な薬液を除去する。また別の方法としては上記の水溶液を木質繊維に減圧または加圧によって注入し、余分な薬液を洗浄除去する。しかし、このような前処理は好ましくはあるが必須ではない。

But in 20 % or more, it is not only uneconomical, a resin becomes excessive and the wooden feeling on the surface of a moulding reduces.

[0018]

This thermosetting resin binder composition can also use any form of the milky lotion or the dispersion liquid through water, the solution through the organic solvent, or a powder.

However, the powder from the viewpoint of the operation efficiency and economy is preferable.

From this viewpoint, a non-hardened powder phenol novolak resin composite (the curing catalyst like hexamethylenetetramine is included) is a preferable thermosetting resin binder composition, for example.

[0019]

In the manufacturing method of the wooden fibre material of this invention explained above it precedes to carry out that it is acetylated of wooden fibre, and the fine surface of wooden fibre receives an acetylating agent.

A pretreatment by which acetylated reaction is accelerated is given.

An above is further preferable.

This pretreatment is the method of immersing wooden fibre to the aqueous solution of acetate and filtering it, for example.

For example, after immersing wooden fibre in the aqueous solution of 2-5% of potassium acetate, or sodium acetate for 10 minutes, or after carrying out the more immersion, an excessive chemical solution is removed with a centrifuge etc.

Moreover as another method, above-mentioned aqueous solution is injected into wooden fibre by a pressure reduction or pressure application.

The washing removal of the excessive chemical solution is carried out.

However, although there is preferably such a pretreatment, it is not essential.

【0020】

本発明の製法においては、アセチル化木質繊維を集積する際、この集積物に難燃剤、色素、防虫剤、防腐剤、防かび剤、撥水剤、吸音材、発泡ビーズ、充填材、補強材などの添加物を配合することができる。これらの添加物の配合によって、得られた木質繊維材にそれぞれ期待される特性を賦与することができる。

【0021】

以上に説明したような本発明の製法によって製造される木質繊維材は、元来親水性である繊維素の微細表面がアセチル化されているので、吸水性及び吸湿性が著しく減少している。また、合成樹脂バインダとして熱硬化性樹脂が用いられているので、この木質繊維材を水に浸漬したり高湿度の雰囲気中に長期間置いたとしても、吸水や吸湿によって膨張、湾曲、軟化、剥離などの変形や崩壊を起こすことはなく、寸法安定性及び耐候性が高い。また、木質繊維の微細表面がアセチル化されているから、菌、かび、木食性の虫類に対しても抵抗性が高い。さらに、木質繊維の芯部までアセチル化されてはいないので、適度の吸湿性が保持され、呼吸性と木質感が維持されている。

【0022】

[0020]

In the manufacturing method of this invention When integrating acetylated wood fibre, Additives, such as a flame retardant, a pigment, an insect repellent, preservative, a fungicide, a water repellent, a sound absorbing material, a bubble bead, a filler, and a reinforcing material, can be blended with this integrated thing.

The characteristics respectively expected to the obtained wooden fibre material by blending of these additives can be endowed.

[0021]

The wooden fibre material manufactured by the manufacturing method of this invention which was explained above, Since it is carried out that it is acetylated of the fine surface of the cellulose which is a hydrophilicity originally, water absorptivity and a hygroscopic property are reducing remarkably.

Moreover, the thermosetting resin is used as a synthetic resin binder. Therefore, even when it immerses this wooden fibre material to water or it puts in the atmosphere of a high humidity for a long period of time, deformations, such as expansion, a curve, softening, and peeling, and disintegrated does not occur according to absorption, or a moisture absorption. Dimensional stability and a weather resistance are high.

Moreover, since it is carried out that it is acetylated of the fine surface of wooden fibre, the resistance also with respect to a microbe, mold, and the insects of woodworm is high. Furthermore, since it is not carried out to the core part of wooden fibre that it is acetylated, a moderate hygroscopic property is maintained.

Respiration property and wooden admiration are maintained.

[0022]

【実施例】

次に本発明の実施例を示す。

(実施例 1) エゾマツのチップを蒸煮し解繊して得られた木質繊維を 5% 酢酸ナトリウム水溶液に 2 時間浸漬して前処理を行った後、遠心分離して脱液し、さらに熱風乾燥機中で含水率が 1% になるまで乾燥した。得られた乾燥物をセパラブルフラスコに入れ、その全量が浸漬する量の無水酢酸をアセチル化剤として注入し、130℃に 4 時間保持した。処理後、フラスコ内容物をプレス濾過して液相を除き、得られた繊維分は酢酸臭がなくなるまで温水洗浄した。この洗浄操作の後、含水率が約 5% になるまで熱風乾燥した。ここに得られたアセチル化木質繊維をブレンダーに入れ、その重量の 15% の未硬化ポリウレタン樹脂と均一に混和し、ホットプレス上に集積して加熱加圧して一体化成形し、実施例 1 の木質繊維材ボードを得た。このものの厚さは 10 mm、密度は 0.7 であった。

【0023】

(実施例 2) 前処理の操作を省いた以外は実施例 1 と同様の操作を繰り返し、実施例 2 の木質繊維材ボードを得た。

【0024】

(実施例 3) アセチル化剤として無水酢酸とキシレンの 1:1 (容量) 混合物を使用した以外

[Example]

Next the Example of this invention is shown.

(Example 1) After pretreating by immersing wooden fibre which carries out the steaming of the chip of a Yezo spruce, and was disentangled and obtained to 5% sodium acetate aqueous solution, for 2 hours, it centrifuges and dehydrates.

Furthermore it dried until the moisture content became 1% in the hot air drying equipment.

The obtained dried product is put into a separable flask.

Acetic anhydride of the quantity which the whole quantity immerses is injected as an acetylating agent.

It maintained for 4 hours every 130 degree C.

After a process, the press filtration of the flask content is carried out, and a liquid phase is excluded. Warm water washing of the fibre part obtained was carried out until the acetic acid smell was eliminated.

Hot-air drying was carried out after this washing operation until the moisture content became about 5%.

Acetylated wood fibre obtained here is put into a blender.

It mixes uniformly with 15% of the non-hardened polyurethane resin of the weight. On a hot pressing, it integrates, and heating pressure application is carried out and the integration shaping is carried out.

The wooden fibre material board of Example 1 was obtained.

The thickness of this thing is 10 mm. The density was 0.7.

[0023]

(Example 2) The similar operation as Example 1 is repeated except having excluded operation of a pretreatment.

The wooden fibre material board of Example 2 was obtained.

[0024]

(Example 3) The similar operation as Example 1 is repeated except having used 1:1 (capacity) mixture of acetic anhydride and a

は実施例 1 と同様の操作を繰り返して、実施例 3 の木質繊維材ボードを得た。実施例 1 ～ 3 によって得られた木質繊維材は、いずれも酢酸臭を認めなかった。

【0025】

(比較例) 前処理とアセチル化の処理を行わない木質繊維を用いて、実施例 1 と同様の集積・一体化成形操作を行い比較例の木質繊維材ボードを得た。

【0026】

(試験例) これらの木質繊維材ボードについて、吸水試験と吸湿試験を行った。吸水試験は、試料を 25℃ の水に 24 時間浸漬した後の厚さ膨張率 (%) を測定して行った。吸湿試験は、試料を 35℃、95% RH の環境試験機に 48 時間静置した後の厚さ膨張率 (%) を測定して行った。これら試験の結果を表 1 に示す。

【0027】**【表 1】**

xylene as an acetylating agent. The wooden fibre material board of Example 3 was obtained.

No wooden fibre materials obtained by Example 1-3 observed the acetic acid smell.

[0025]

(Comparative Example) Wooden fibre which does not perform a pretreatment, and an acetylated process is used.

The similar integration * integration shaping operation as Example 1 was performed, and the wooden fibre material board of Comparative Example was obtained.

[0026]

(EXPERIMENT) The water absorption test and the porosity test were performed about these wooden fibre material boards.

Water absorption test, It performed by measuring thickness expansion coefficient (%) after immersing a sample for 24 hours in 25-degree C water.

Porosity test, It performed by measuring thickness expansion coefficient (%) after standing a sample for 48 hours to the environmental test machine of 35 degree C and 95% RH.

The result of these tests is shown in Table 1.

[0027]**[Table 1]**

表 1

試料	アセチル化度 (%)	吸水厚さ膨張率 (%)	吸湿厚さ膨張率 (%)
実施例 1	24	1.13	0.59
実施例 2	24	1.15	0.62
実施例 3	20	1.33	0.72
比較例	-	9.66	5.91

【0028】

以上の結果から、本発明の方法によって製造された木質繊維材が優れた耐水性及び耐湿性を有していることは明かである。

[0028]

It is clear to have the water resistance and the moisture resistance in which the wooden fibre material manufactured by the method of this invention was excellent from the above result.

【0029】

【発明の効果】

本発明の木質繊維材の製法は、木材を解繊して得られる木質繊維を液相中でアセチル化し、このアセチル化木質繊維を集積し、一体化成形して木質繊維材とするものであるので、耐水性と耐湿性が高く、寸法安定性と耐候性に優れ、かつ防かび性と防虫性を有する木質繊維材が得られるという効果がある。

[0029]

[EFFECT OF THE INVENTION]

The manufacturing method of the wooden fibre material of this invention, It carries out that it is acetylated of wooden fibre which disentangles a timber and is obtained, in a liquid phase.

The integration shaping of this acetylated wood fibre is integrated and carried out, and it sets as a wooden fibre material. Therefore, the wooden fibre material which water resistance and moisture resistance are high, and is excellent in dimensional stability and a weather resistance, and has a fungicidal property and insect repellent property is obtained.

The above-mentioned effect is expectable.